

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 1 月 7 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 3 2 4 4 0 0
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 2 - 3 2 4 4 0 0]

出 願 人 日 立 マ ク セ ル 株 式 会 社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 9 月 1 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 7 5 3 9 4

【書類名】 特許願

【整理番号】 3302-391

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C23C 18/00

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 8 8 号 日立マクセル株式会社内

 【氏名】 大門 英夫

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 8 8 号 日立マクセル株式会社内

 【氏名】 酒本 章人

【特許出願人】

 【識別番号】 000005810

 【氏名又は名称】 日立マクセル株式会社

 【代表者】 赤井 紀男

【代理人】

 【識別番号】 100080193

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 杉浦 康昭

 【電話番号】 0297-20-5127

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 041911

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

 【包括委任状番号】 9400011

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 半田付対応石英製部品及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 石英基体上に半田付け可能な金属膜が設けられている半田付対応石英製部品において、前記石英基体と前記金属膜の間には、下地膜が設けられており、更に、前記石英基体の表面には、多数の微細な凹部が形成されており、前記凹部の壁面は、オーバーハング状の形状であることを特徴とする半田付対応石英製部品。

【請求項 2】 前記凹部の深さが、 $1\sim 4\mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項 1記載の半田付対応石英製部品。

【請求項 3】 前記凹部は、前記石英基体表面に垂直な断面において、断面 $15\mu\text{m}$ あたり、 $1\sim 4$ 個存在することを特徴とする請求項 1記載の半田付対応石英製部品。

【請求項 4】 前記下地膜が、PまたはBの少なくとも1つの元素とNi元素を含むことを特徴とする請求項 1記載の半田付対応石英製部品。

【請求項 5】 前記半田付け可能な金属膜がAu元素を含むことを特徴とする請求項 1記載の半田付対応石英製部品。

【請求項 6】 前記下地膜が少なくとも $1\mu\text{m}$ 以上である事を特徴とする請求項 1記載の半田付対応石英製部品。

【請求項 7】 前記半田付け可能な金属膜が 50nm 以上設けられた事を特徴とする請求項 1記載の半田付対応石英製部品。

【請求項 8】 石英基体表面を物理的に粗化する第一の工程と物理的に粗化された石英基体表面を化学的にエッチングする第二の工程と石英基体表面に金属触媒核を付着させる第三の工程と石英基体を下地膜成膜用無電解メッキ浴中に浸漬して下地膜を形成する第四の工程と更に半田付け可能な金属膜用無電解メッキ浴に浸漬し半田付け可能な金属膜をメッキする第五の工程をこの順に含む事を特徴とする請求項 1記載の半田付対応石英製部品の製造方法。

【請求項 9】 半田付対応石英製部品が、半田付けされていることを特徴とする請求項 1 記載の光通信モジュール。

【発明の詳細な説明】**【0 0 0 1】****【発明の属する技術分野】**

本発明は半田付対応石英製部品に係わり、更に詳しくは、他の部材に対する半田付け強度に優れる半田付対応石英製部品に関する。

【0 0 0 2】**【従来の技術】**

インターネットの普及により、音楽や動画像、コンピュータデータなどの大量の情報を高速に送受信する必要が出てきた。光ファイバーを用いたデータの送受信では転送速度が家庭用で100Mbps以上であり、一般家庭に普及している電話回線を用いたモデムやISDNに比べ、約3桁程度高速にデータを送受信できる。さらに、基幹系では10~40Gbpsに達している。また、近年、光多重通信という新しい技術が登場してさらなる高速化と大容量化が可能となっている。このような状況の中、光通信部品の需要はますます増加傾向にあり、そのコスト低減と信頼性向上が部品供給メーカーの課題となっている。

【0 0 0 3】

光通信部品において、光ファイバーを接続する部品は、 ZrO_2 及び Al_2O_3 の材料から構成されているものが既に市販されている。光ファイバーは石英とほぼ同等の組成を有するため ZrO_2 及び Al_2O_3 の材料の線膨張係数は光ファイバーの線膨張係数に比べて一桁大きい。このため、温度が変化する環境で ZrO_2 及び Al_2O_3 の材料で構成された部品を使用すると線膨張係数の差により部品内に固定された光ファイバーの光軸がずれる問題がある。一方、部品の線膨張係数を抑える事、さらに多芯の光ファイバーを精度高く保持固定する事などの点から石英部品の使用が注目を集めている。この石英部品は光学部品を搭載したモジュールの中でその中核となるパーツであり、基幹系光通信関連部品と同程度の信頼性が求められている。

【0 0 0 4】

これまで光学部品搭載モジュールを組む際、石英部品と基板を紫外線硬化型樹脂で固定していた。しかし、この方法では常温常湿下では大きな問題は発生しな

かったが、高温高湿度の環境に長時間接すると石英部品が基板から浮き上がったり、場合によっては脱離する問題があった。従って、従来の接着方法では長期間の密着性、気密性を得る事は困難であった。そこで、紫外線硬化型樹脂で固定するのでなく、半田付けにより石英部品を固定することが考えられる。石英部品を半田付けするためには、石英部品の外周を半田の濡れ性の高い金属、例えば金或いは金錫でメタライズする必要がある。メタライズの方法としては、真空蒸着やスパッタリング等の物理蒸着法、及び無電解メッキによる湿式法がある。石英部品には円柱及び直方体のタイプがあり、量産性を考慮した場合、物理蒸着法で円柱及び直方体の石英部品の外周全域にわたってメタライズすることは困難である。従って、石英部品を全面浸漬する事が可能な無電解メッキによる湿式法が量産性の観点から圧倒的に優位である。

【0 0 0 5】

従来の無電解メッキの手法として、下記特許文献1等の開示された手法がある。特許文献1には、石英ではないが磁気記録媒体用ガラス基板にNiPを無電解メッキする手法が開示されており、メッキ膜の密着性を向上させるために、ガラス基板に微細な凹部を設ける処理を施している。

【0 0 0 6】

【特許文献1】

特開平 1 1 - 2 0 3 6 7 4 号公報

【0 0 0 7】

しかし、文献1に記載されている手法では、ガラス基板に対して磁気記録媒体が要求する強度として十分なメッキ膜を作製することはできるが、石英部品としては十分な強度が得られなかった。とくに、半田付け対応の石英部品は、高温の半田によりメッキ膜が溶融することにより固着するため、それにより、石英とメッキ膜界面で剥離が生じる、半田食われという現象がおきる。よって、この半田食われを防止するために、石英とメッキ膜とは非常に強い接着性が必要とされ、さらにメッキ膜には十分な厚みが必要となる。また、半田付け対応石英部品は、上述の光通信用部品として利用されることが多く、非常に高い耐久性も必要である。

【0 0 0 8】

【発明が解決しようとする課題】

本発明はかかる問題を解決するためになされたものであり、半田食われを起こさず、かつ半田付け後の耐久性に優れた半田付け対応石英製部品を提供するものである。

【0 0 0 9】

【課題を解決するための手段】

本発明は、石英基体上に半田付け可能な金属膜が設けられている半田付対応石英製部品において、前記石英基体と前記金属膜の間には、下地膜が設けられており、更に、前記石英基体の表面には、多数の微細な凹部が形成されており、前記凹部の壁面は、オーバーハング状の形状であることを特徴とする半田付対応石英製部品に関するものである。

【0 0 1 0】

半田付け対応にするためには、石英の外周を半田の濡れ性の高い金属を含む半田付け可能な金属膜でメタライズする必要がある。半田の濡れ性の高い金属としては、例えば、Au、Sn、またはそれらの合金等が挙げられる。鏡面研磨された石英に対するこれら半田接着膜の付着力は極めて弱いため、比較的石英に対して付着力のある下地膜をメッキする必要がある。下地メッキ膜としては、例えば、ニッケル燐、ニッケルボロンなどからなる膜が挙げられる。ニッケル燐中の燐濃度は2～15at.%、ニッケルボロン中のボロン濃度は1～10at.%が適する。ニッケル燐中の燐濃度は次亜燐酸を還元剤として使用する無電解ニッケルメッキにおいて共析する最低限の燐濃度が2at.%であり、15at.%を越えると膜が脆くなる欠点が現れる。ニッケルボロン中のボロン濃度はジメチルアミンボランを還元剤として使用する無電解ニッケルメッキにおいて共析する最低限のボロン濃度が1at.%であり、10at.%を越えると膜が脆くなる欠点が現れる。

【0 0 1 1】

石英は、非常に無電解メッキが困難な材質である。同じSiO₂を主成分とする磁気記録媒体用のガラス基板は、表面に凹部を設けるのみで無電解メッキが可能となるが、石英では十分な強度の無電解メッキ膜を得られない。これは、石英がSi

O₂成分のみの単結晶であるため、アモルファスである通常のナトリウムガラス、またはアモルファス部分を含んでいる結晶化ガラス等とは異なるためと考えられる。したがって、通常の表面処理では石英と下地膜の密着力が得られず、下地膜を0.5 μ m以上メッキすると膜応力のためNiPが石英表面から剥離する。半田食われを防止するため、NiP層の厚さを1 μ m以上にすることがある。

【0 0 1 2】

この問題を解決するため、発明者は、種々の石英表面処理を検討した。その結果、石英基体の表面に、多数の微細な凹部が形成し、その凹部の壁面をオーバーハング状の形状とすることにより、半田付け対応部品として十分な強度と耐候性を得ることが可能となった。また、前記石英基体の表面の凹部を、開口部よりも凹部内部が広がった形状とした場合も、同様の効果が得られた。

【0 0 1 3】

この理由は、これら石英基体の表面形態による強固なアンカー効果により十分な厚みの下地膜を得る事ができること、そして半田付け時に高温の半田が下地層を溶解する場合にも、オーバーハング状の凹部にはまり込んでいる下地膜までは溶解することが無いために、半田食われが生じないためである。開口部より内部が広がった形状の凹部においても同様の効果が得られる。前記状凹部の形状としては、深さが1~4 μ mであることが好ましい。深さが1 μ m未満の場合、下地膜の十分な接着強度が得られず、深さが4 μ mを越えるとメッキ表面層の荒れが大きくなり好ましくない。また、前記凹部は本発明における石英基体表面に垂直な断面において、断面15 μ mあたり、1~4個存在することが望ましい。1個未満では下地膜の十分な接着強度が得られず、4個を越えると効果が飽和する。

【0 0 1 4】

以下に本発明の半田付け対応石英部品の製造方法を示す。

まず、石英基体表面を物理的に研磨し、石英基体表面を荒らす。次いで化学的エッチングによりさらに石英基体表面を粗化する。石英基体表面の物理的粗化はサンドブラスト或いは、# 300~# 1000の砥粒を用いる。この後、フッ酸、フッ化アンモニウム及び酸性フッ化アンモニウムに過酸化水素を混合したエッチング液に石英基体を浸漬し、化学的エッチングを行う。この工程により最終的な石英

基体表面オーバーハング状の凹部または、開口部よりも凹部内部が広がった形状の凹部を作製する事ができる。この工程により、上記凹部ができる要因は不明であるが、化学的エッチング剤として、フッ酸、フッ化アンモニウム及び酸性フッ化アンモニウムに加えて過酸化水素等の酸化剤が存在すると石英の上記凹部が形成されやすいためと予想される。石英基体の表面に上記凹部が形成されない場合、下地膜を $1\mu\text{m}$ 以上メッキすると膜応力のため下地膜が石英基材表面から剥離する。この後、水酸化ナトリウムで石英部品基体を処理した後、陽イオン界面活性剤(例えば奥野製薬工業社製のOPC-370M或いは上村工業社製のCD202)で石英基材表面を処理し、金属触媒溶液に石英部品を浸漬する。その後、下地膜成膜用無電解メッキ浴、例えば無電解ニッケルメッキ浴に石英部品を浸漬して石英部品表面にニッケル燐下地膜をメッキにより形成する。この後、半田付け可能な金属膜用無電解メッキ浴、例えば置換型無電解Auメッキ浴に浸漬し、下地膜上に半田付け可能な金属膜用Au膜をメッキにより形成し、本発明の半田付け対応石英部品が完成する。下地膜の厚さは半田食われを防止するため $1\mu\text{m}$ 以上、半田接着膜の厚さは半だの濡れ性を考慮し、50nm以上必要である。

【0 0 1 5】

この後、最表面がメタライズされた基体上に本発明の半田付け対応石英部品を載せ、半田付けで両者を固定する。半田付けで基体と接着する事で従来の樹脂接着に比べより強固に、また気密性高く石英部品を基体上に固定する事ができる。

【0 0 1 6】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施形態及び実施例について具体的に説明する。

(実施例1)

外径2mm、長さ7mmの2芯円柱状石英基体表面を#800の砥粒で物理的に研磨した。その後、酸性フッ化アンモニウムを4wt.%、過酸化水素を11wt.%含むエッチング液中に石英部品を10分間常温で浸漬した。水洗後、石英基体を10規定の水酸化ナトリウム水溶液中に2分間常温で浸漬した。水洗後、奥野製薬工業社製の陽イオン界面活性剤OPC-370Mの75g/L水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社の一液系キャタリスト9Fの塩酸水溶液中に石英基

体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社のアクセラレーター-240の硫酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、浴温85℃の日進化成の無電解Niメッキ液NP-700中に石英基体を10分間浸漬した。水洗後、浴温65℃の奥野製薬工業の置換型無電解Auメッキ液ムデンノーブルAU中に石英部品を5分間浸漬し、本発明の半田付け対応石英製部品が完成した。図1にNiP/Auでメタライズした石英製部品表層付近の断面SEM像を示す。石英基体表面に形成されたオーバーハングの高さは $2.3\mu\text{m}$ である事が分かる。NiP層の厚さは $6\sim 8\mu\text{m}$ である事が確認される。また、NiP中のP濃度は8at.%であった。NiP層上のAu層の厚さは100nmである。このNiP/Auでメタライズした石英部品をScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、膜剥離は生じなかった。

【 0 0 1 7 】

次に、シリコンオプティカルベンチ（以下、Si-OB）表面にも同様にNiP、Auメッキを施した。SEM観察により、Si-OB表面粗さはPeak to Valleyで $2.5\mu\text{m}$ 、NiP層の厚さは $3\sim 4\mu\text{m}$ 、Au層の厚さは100nmであることが確認された。

【 0 0 1 8 】

上記Si-OBに半田付け対応石英製部品を半田で固定した。この際半田食われは生じなかった。半田付けした接着強度を測定した結果、2kg以上の接着強度を示した。さらに半田付けした石英部品付きSi-OBを85℃、90%RHの環境に2000時間及び+85/-40℃のヒートサイクル500回を行ったが、石英製部品がSi-OB上から浮き上がったり脱離する事はなかった。

【 0 0 1 9 】

（実施例2）

厚さ2mm、幅5mm、長さ10mmの12芯角柱状石英基体表面を#800の砥粒で物理的に研磨した。その後、酸性フッ化アンモニウムを4wt.%、過酸化水素を11wt.%含むエッチング液中に石英基体を10分間常温で浸漬した。水洗後、石英基体を10規定の水酸化ナトリウム水溶液中に2分間常温で浸漬した。水洗後、奥野製薬工業社製の陽イオン界面活性剤OPC-370Mの75g/L水溶液中に石英部品を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社の一液系キャタリスト9Fの塩酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社のアク

セラレーター240の硫酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、浴温85℃の日進化成の無電解Niメッキ液NP-700中に石英基体を5分間浸漬した。水洗後、浴温65℃の奥野製薬工業の置換型無電解Auメッキ液ムデンノーブルAU中に石英基体を5分間浸漬し、本発明の半田付け対応石英製部品が完成した。石英製部品表層付近を断面SEMで観察した結果、石英基体の表面に形成されたオーバーハングの高さは $2.3\mu\text{m}$ である事、NiP層の厚さは $3\sim 4\mu\text{m}$ である事及びNiP層上のAu層の厚さが100nmである事が確認された。また、NiP中のP濃度は8at.%であった。メタライズした石英部品をScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、膜剥離は生じなかった。

【0020】

次に、Si-OB表面にも同様にNiP、Auメッキを施した。SEM観察により、Si-OB表面粗さはPeak to Valleyで $2.5\mu\text{m}$ 、NiP層の厚さは $3\sim 4\mu\text{m}$ 、Au層の厚さは100nmであることが確認された。

【0021】

上記Si-OBに石英製部品を半田で固定した。この際半田食われは生じなかった。半田付けした接着強度を測定した結果、2kg以上の接着強度を示した。さらに半田付けした石英製部品付きSi-OBを85℃、90%RHの環境に2000時間及び+85/-40℃のヒートサイクル500回を行ったが、石英製部品がSi-OB上から浮き上がったり脱離する事はなかった。

【0022】

(実施例3)

外径2mm、長さ7mmの2芯円柱状石英基体表面を#800の砥粒で物理的に研磨した。その後、酸性フッ化アンモニウムを4wt.%、過酸化水素を11wt.%含むエッチング液中に石英基体を10分間常温で浸漬した。水洗後、石英基体を10規定の水酸化ナトリウム水溶液中に2分間常温で浸漬した。水洗後、奥野製薬工業社製の陽イオン界面活性剤OPC-370Mの75g/L水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社の一液系キャタリスト9Fの塩酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社のアクセラレーター240の硫酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、浴温85℃の日

本カニゼンの無電解NiBメッキ液カニボロン中に石英基体を10分間浸漬した。水洗後、浴温65℃の奥野製薬工業の置換型無電解Auメッキ液ムデンノーブルAU中に石英基体を5分間浸漬し、本発明の半田付け対応石英製部品が完成した。石英製部品の表層付近を断面SEMで観察した結果、石英基体表面に形成されたオーバーハングの高さは2.3 μ mである事、NiB層の厚さは6~8 μ mである事が確認された。

【0 0 2 3】

また、NiB中のB濃度は4at.%であった。NiB層上のAu層の厚さは100nmであった。このNiB/Auでメタライズした石英製部品をScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、膜剥離は生じなかった。

【0 0 2 4】

次に、シリコンオプティカルベンチ（以下、Si-OB）表面にNiP、Auメッキを施した。SEM観察により、Si-OB表面粗さはPeak to Valleyで2.5 μ m、NiP層の厚さは3~4 μ m、Au層の厚さは100nmであることが確認された。

【0 0 2 5】

上記Si-OBに石英製部品を半田で固定した。この際半田食われは生じなかった。半田付けした接着強度を測定した結果、2kg以上の接着強度を示した。さらに半田付けした石英製部品付きSi-OBを85℃、90%RHの環境に2000時間及び+85/-40℃のヒートサイクル500回を行ったが、石英部品がSi-OB上から浮き上がったり脱離する事はなかった。

【0 0 2 6】

（比較例1）

外径2mm、長さ7mmの2芯円柱状石英基体を200ml/Lのフッ酸水溶液中に2分間常温で浸漬した。水洗後、奥野製薬工業社製の陽イオン界面活性剤OPC-370Mの75g/L水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社の一液系キャタリスト9Fの塩酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社のアクセラレーター240の硫酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、浴温85℃の日進化成の無電解Niメッキ液NP-700中に石英基体を10分間浸漬した。水洗後、浴温65℃の奥野製薬工業の置換型無電解Auメッキ液ムデンノーブルAU中に石英基体を5分間浸漬した。NiP/Auでメ

タライズして、石英製部品が完成した。これをScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、石英製部品/NiP界面で膜剥離を生じた。この石英製部品表層付近を断面SEMで観察した結果、石英基体表面にオーバーハング状の凹部は形成されておらず、石英基体の表面粗さはPeak to Valleyで $0.5\mu\text{m}$ である事、NiP層の厚さが $6\sim 8\mu\text{m}$ 及びNiP層上のAu層の厚さが 100nm である事が確認された。また、NiP中のP濃度は $8\text{at.}\%$ であった。

【 0 0 2 7 】

次に、Si-OB表面にも実施例1と同様にNiP、Auメッキを施した。SEM観察により、Si-OB表面粗さはPeak to Valleyで $2.5\mu\text{m}$ 、NiP層の厚さは $3\sim 4\mu\text{m}$ 、Au層の厚さは 100nm であることが確認された。

【 0 0 2 8 】

上記Si-OBに石英製部品を半田で固定した。半田付けした接着強度を測定した結果、接着強度は 0.4kg であった。さらに半田付けした石英製部品を 85°C 、 $90\%\text{RH}$ の環境に2000時間及び $+85/-40^\circ\text{C}$ のヒートサイクル500回を行ったが、試験後石英製部品がSi-OB上から浮き上がっていた。

【 0 0 2 9 】

(比較例2)

厚さ 2mm 、幅 5mm 、長さ 10mm の12芯角柱状石英基体を 200ml/L のフッ酸水溶液中に2分間常温で浸漬した。水洗後、奥野製薬工業社製の陽イオン界面活性剤OPC-370Mの 75g/L 水溶液中に石英部品を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社の一液系キャタリスト9Fの塩酸水溶液中に石英部品を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社のアクセラレーター240の硫酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、浴温 85°C の日進化成の無電解Niメッキ液NP-700中に石英基体を5分間浸漬した。水洗後、浴温 65°C の奥野製薬工業の置換型無電解Auメッキ液ムデンノーブルAU中に石英基体を5分間浸漬した。NiP/Auでメタライズして、石英製部品が完成した。これをScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、石英製部品/NiP界面で膜剥離を生じた。この石英製部品表層付近を断面SEMで観察した結果、石英基体表面にオーバーハング状の凹部は形成されておらず、石英基体の表面粗さはPeak to Valleyで

0.5 μ mである事、NiP層の厚さが3~4 μ mである事及びNiP層上のAu層の厚さが100nmである事が確認された。また、NiP中のP濃度は8at.%であった。

【0030】

次に、Si-OB表面にも実施例1と同様にNiP、Auメッキを施した。SEM観察により、Si-OB表面粗さはPeak to Valleyで2.5 μ m、NiP層の厚さは3~4 μ m、Au層の厚さは100nmであることが確認された。

【0031】

上記Si-OBに石英製部品を半田で固定した。半田付けした接着強度を測定した結果、接着強度は0.4kgであった。さらに半田付けした石英製部品を85℃、90%RHの環境に2000時間及び+85/-40℃のヒートサイクル500回を行ったが、試験後石英部品がSi-OB上から浮き上がっていた。

【0032】

(比較例3)

外径2mm、長さ7mmの2芯円柱状石英基体表面を#800の砥粒で物理的に研磨した。その後、酸性フッ化アンモニウムを4wt.%、過酸化水素を11wt.%含むエッチング液中に石英基体を10分間常温で浸漬した。水洗後、石英部品を10規定の水酸化ナトリウム水溶液中に2分間常温で浸漬した。水洗後、奥野製薬工業社製の陽イオン界面活性剤OPC-370Mの75g/L水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社の一液系キャタリスト9Fの塩酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社のアクセラレーター240の硫酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、浴温85℃の日進化成の無電解Niメッキ液NP-700中に石英基体を10分間浸漬した。水洗後、浴温65℃の奥野製薬工業の置換型無電解Auメッキ液ムデンノーブルAU中に石英基体を5分間浸漬し、石英製部品が完成した。NiP/Auでメタライズした石英製部品表層付近の断面SEMで観察した結果、石英基体表面に形成されたオーバーハングの高さは2.3 μ mである事、NiP層の厚さは6~8 μ mである事及びNiP層上のAu層の厚さは100nmである事が確認された。また、NiP中のP濃度は8at.%であった。このNiP/Auでメタライズした石英部品をScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、膜剥離は生じなかった。次に、紫外線硬化型接着剤で石英製部

品をSi基板上に接着し、接着強度を測定した結果、接着強度は0.7kgであった。さらに、紫外線硬化型接着剤でSi基板上に接着した石英部品を85℃, 90%RHの環境に2000時間及び+85/-40℃のヒートサイクル500回を行ったが、試験後石英製部品がSi基板から浮き上がっていた。

【 0 0 3 3 】

(比較例4)

厚さ2mm、幅5mm、長さ10mmの12芯角柱状石英基体表面を# 800の砥粒で物理的に研磨した。その後、酸性フッ化アンモニウムを4wt.%、過酸化水素を11wt.%含むエッチング液中に石英基体を10分間常温で浸漬した。水洗後、石英基体を10規定の水酸化ナトリウム水溶液中に2分間常温で浸漬した。水洗後、奥野製薬工業社製の陽イオン界面活性剤OPC-370Mの75g/L水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社の一液系キャタリスト9Fの塩酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社のアクセラレーター240の硫酸水溶液中に石英基体を3分間常温で浸漬した。水洗後、浴温85℃の日進化成の無電解Niメッキ液NP-700中に石英基体を5分間浸漬した。水洗後、浴温65℃の奥野製薬工業の置換型無電解Auメッキ液ムデンノーブルAU中に石英基体を5分間浸漬し、石英製部品が完成した。石英製部品表層付近を断面SEMで観察した結果、石英基体に形成されたオーバーハングの高さは2.3 μ mである事、NiP層の厚さは3~4 μ mである事及びNiP層上のAu層の厚さが100nmである事が確認された。また、NiP中のP濃度は8at.%であった。このNiP/Auでメタライズした石英製部品をScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、膜剥離は生じなかった。次に、紫外線硬化型接着剤で石英部品をSi基板上に接着し、接着強度を測定した結果、接着強度は0.8kgであった。さらに、紫外線硬化型接着剤でSi基板上に接着した石英製部品を85℃, 90%RHの環境に2000時間及び+85/-40℃のヒートサイクル500回を行ったが、試験後石英製部品がSi基板から浮き上がっていた。

【 0 0 3 4 】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明ではフッ酸、フッ化アンモニウム或いは酸性フッ

化アンモニウムに過酸化水素を添加したエッチング液を使用して石英基体表面を化学的にエッチングする事により、石英基体の表面に高さが $1\sim 4\mu\text{m}$ の凹部で、その壁面がオーバーハング状である凹部を形成する事ができる。これにより、石英基体表面上に $1\mu\text{m}$ 以上のNiP層或いはNiB層、50nm以上のAu層或いはAuSn層を順次設けられ、半田付けによりメタライズした基体上に石英部品を接着固定する事ができるため、石英製部品と基体との接着強度を飛躍的に高める事ができる。

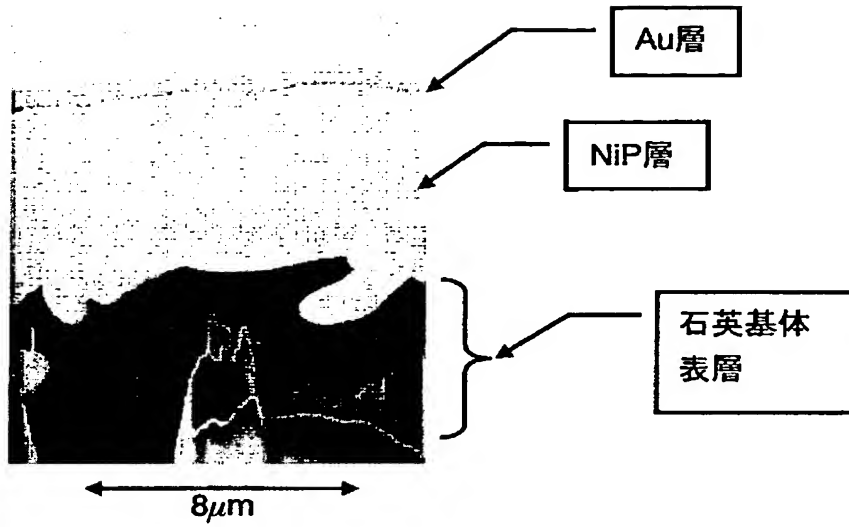
【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の実施例におけるNiP/Auでメタライズした石英部品表層付近の断面FIB-SIM像である。

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 他の部材に対する半田付け強度に優れる半田付対応石英製部品を提供する。

【解決手段】 石英基体上に半田付け可能な金属膜が設けられている半田付対応石英製部品において、前記石英基体と前記金属膜の間には、下地膜が設けられており、更に、前記石英基体の表面には、多数の微細な凹部が形成されており、前記凹部の壁面をオーバーハング状の形状とするところにより、石英製部品と他の部材との接着強度を飛躍的に高める事ができる。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 3 2 4 4 0 0
受付番号	5 0 2 0 1 6 8 5 3 5 0
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 4 年 1 1 月 8 日

＜認定情報・付加情報＞

【提出日】 平成14年11月 7日

次頁無

特願 2 0 0 2 - 3 2 4 4 0 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 5 8 1 0]

1 . 変更年月日

2 0 0 2 年 6 月 1 0 日

[変更理由]

住所変更

住 所

大阪府茨木市丑寅 1 丁目 1 番 8 8 号

氏 名

日立マクセル株式会社